

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 59-038650

(43)Date of publication of application : 02.03.1984

(51)Int.Cl.

G01N 31/08

B01D 15/08

(21)Application number : 57-149426

(71)Applicant : SHIMADZU CORP

(22)Date of filing : 28.08.1982

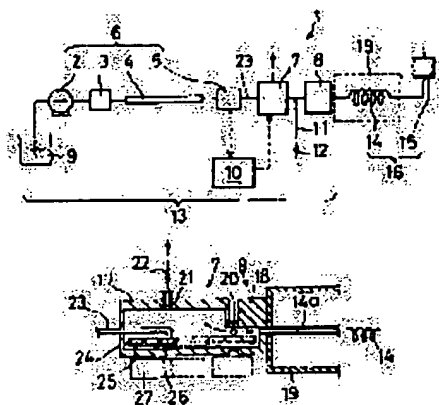
(72)Inventor : YASUI SHIGEO

(54) GAS CHROMATOGRAPH WITH SPECIMEN PRE-TREATING APPARATUS

(57)Abstract:

PURPOSE: To prevent the deterioration of a column and detection obstruction caused by unnecessary components, by a method wherein a specimen is coarsely separated by liquid chromatography to collect only an objective component which is, in turn, subjected to gas chromatography.

CONSTITUTION: A specimen is coarsely separated in the column 4 of liquid chromatography and the eluted liquid corresponding to a fraction each containing an objective component is received by a specimen dish 26 while the eluted liquid corresponding to a fraction containing unnecessary components is received by a specimen dish 25. The former eluted liquid is concentrated in a concentrator 7 and a specimen boat 24 is moved by a magnet 27 so as to position the specimen dish 26 in an evaporation chamber 8. Only the objective component is evaporated under heating in the evaporation chamber 8 to be introduced into a capillary column 14 along with carrier gas. When the capillary column 14 is heated in a column over 19, the objective component is highly separated to be clearly detected by a detector 15 for gas chromatograph.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭59-38650

⑪ Int. Cl.³

G 01 N 31/08

B 01 D 15/08

識別記号

1 3 7

庁内整理番号

6514-2G

7430-4D

⑬ 公開 昭和59年(1984)3月2日

発明の数 1

審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑭ 試料前処理装置付ガスクロマトグラフ

地株式会社島津製作所三条工場
内

⑮ 特 願 昭57-149426

⑯ 出 願 人 株式会社島津製作所

⑰ 出 願 昭57(1982)8月28日

京都市中京区河原町通二条下ル
一ノ船入町378番地

⑱ 発 明 者 安居茂夫

⑲ 代 理 人 弁理士 野河信太郎

京都市中京区西ノ京桑原町1番

明 細 書

1. 発明の名称

試料前処理装置付ガスクロマトグラフ

2. 特許請求の範囲

1. キャリア溶媒送液部、試料導入部、液体クロマトグラフ用カラムおよび必要に応じ液体クロマトグラフ用検出器をこの順に連続した液体クロマトグラフ部と、その液体クロマトグラフ部から流出する溶離液の目的部分を捕集して溶媒分を除去可能な濃縮部と、その濃縮部で濃縮した目的部分を加熱気化する気化部とからなる試料前処理装置を、ガスクロマトグラフ用カラムとガスクロマトグラフ用検出器とからなるガスクロマトグラフ部の前に設けたことを特徴とする試料前処理装置付ガスクロマトグラフ。

3. 発明の詳細な説明

この発明は、試料前処理装置付ガスクロマトグラフに関し、さらに詳しくは、試料から不要成分

を予め取り除くための前処理装置を具備してなるガスクロマトグラフに関する。

ガスクロマトグラフの分離カラムには、充てんカラムやキャピラリーカラムが用いられるが、特にキャピラリーカラムを用いて高沸点成分(分子量が600以上)を含んでいる試料をくり返して測定する場合、高分子化合物がキャピラリーカラム中に残り、これらの高分子物質のためにカラムの性能を低下させてしまうことがある。したがって、カラムの性能低下につながる不要成分を除くことができかつ目的成分のみをカラムに導入できるシステムが望まれる。

この発明は、このような事情に鑑みてなされたものであり、簡的に述べれば、試料を液体クロマトグラフィーにより粗分離し、目的部分のみを捕集し、これを気化してガスクロマトグラフィーに付しうるようにする前処理装置をガスクロマトグラフのカラムの前に設けてなるガスクロマトグラフを提供するものである。

以下、図に示す実施例に基づいて、この発明を詳

細に説明する。ただし、これによりこの発明が限定されるものではない。

第1図に示す(A)は、この発明のガスクロマトグラフの一実施例であり、キャリア溶媒送液ポンプ(2)、試料導入部(3)、液体クロマトグラフ用カラム(4)、液体クロマトグラフ用検出器(5)、蒸餾器(7)、気化器(8)、ガスクロマトグラフ用キャピラリーカラム(9)およびガスクロマトグラフ用検出器(10)が順に連結されて基本的に構成されている。(8)はキャリア溶媒槽、(9)は制御部、(10)はキャリアガス吹込管、(11)はカラムオープンである。

上記(2)(3)(4)の構成は、各々公知のガスクロマトグラフにおけるものと同じであり、これらはガスクロマトグラフ部(1)としてひとまとめに考えられる。

上記(2)~(5)および(9)の構成は、各々公知の液体クロマトグラフにおけるものと同じであり、これらは液体クロマトグラフ部(2)としてひとまとめに考えられる。

さらに液体クロマトグラフ部(2)と蒸餾器(7)と気

化器(8)とは、ガスクロマトグラフ部(1)に対する試料前処理部(3)としてひとまとめに考えられる。

蒸餾器(7)および気化器(8)の構造は、第2図に示すように、各々加熱ブロック(12)および(13)で囲まれ小室である。それらの間の流通路にはキャリアガス吹込管(10)の開口部が設けられていて、両室にキャリアガスを吹込めるようになっている。蒸餾器(7)の上壁には排気口(14)があり、蒸餾器(7)内に吹込まれたキャリアガスはその排気口(14)から抵抗管(15)を通って排出される。一方、気化器(8)に吹込まれたキャリアガスはガスクロマトグラフ部(1)に流入する。液体クロマトグラフ部(2)から延出されている管路(16)は、蒸餾器(7)内に挿入されており、溶離液を蒸餾器(7)内の試料ポート(8)の試料皿(9)又は(10)に注げるようになっている。試料ポート(8)は、弾性体製で、マグネット(11)により外部から移動させることができる。

次に作動を説明する。まず蒸餾器(7)はキャリア溶媒を気化しうる程度の加熱たとえば約50℃にされ、気化器(8)は試料の目的成分を気化しうる

程度の高熱たとえば約200℃〜約400℃にされ、キャピラリーカラム(9)は室温程度にされている。この状態で試料が試料導入部(3)に導入される。

ポンプ(2)でキャリア溶媒を送液すると、試料は液体クロマトグラフ用カラム(4)で粗分離され、液体クロマトグラフ用検出器(5)でたとえば第3図(A)のように各成分が検出される。

いま目的成分が第3図(A)に示す(b)~(c)であり、(a)が不要成分であるとする、(b)~(c)に対応する部分の溶離液を試料皿(9)で受けかつ(a)に対応する部分の溶離液を試料皿(10)で受けるように試料ポート(8)がマグネット(11)で移動される。第2図に実線で示す試料ポート(8)およびマグネット(11)の位置は、試料皿(9)に溶離液を受ける位置であり、破線で示す位置は、試料皿(10)に溶離液を受ける位置である。

試料ポート(8)の移動は、ある成分を検出したあと溶離液のその部分が出て来るまでの遅れ時間を考慮して手動で行うことができるが、好ましくは、

比較回路とタイマーと電動式マグネット移動手段とを具備してなる制御装置(11)を用いて自動で行わせる。なお、成分がほぼ一定の試料をルーチンワークとして分析する場合には、液体クロマトグラフの開始から溶離液の目的部分が出て来るまでの時間がほぼ一定だから、液体クロマトグラフの開始から一定時間後に試料ポート(8)を移動する制御装置を用いてもよく、またこの場合、液体クロマトグラフ用検出器(5)を省略することができる。

試料皿(9)に受け入れられた溶離液に含まれるキャリア溶媒は、蒸餾器(7)内で加熱され気化されてキャリアガスと共に排気口(14)から排出される。つまり溶離液が濃縮されることになる。

適当な所定時間濃縮が行われた後、試料皿(9)を気化室(8)内に位置させるように、試料ポート(8)がマグネット(11)で再び移動される。第2図に一点鎖線で示す試料ポート(8)およびマグネット(11)の位置は、このときの位置を示す。図より分るように、試料皿(9)は気化室(8)内に入らないので、結局、

試料皿内部に在る目的成分のみが気化室(8)で加熱・気化され、キャリアガスと共にキャピラリーカラム(4)に導入⁽³⁾されることになる。

キャピラリーカラム(4)は室温程度であるから、キャピラリーカラム(4)に入つた目的成分は、カラムの先端部分(14a)で凝縮し、さらに凝縮される。

最後は通常のガスクロマトグラフと同様で、カラムオープン(19)によりキャピラリーカラム(4)をステップ昇温もしくはリニヤー昇温すれば、凝縮された目的成分がキャピラリーカラム(4)で高分離され、ガスクロマトグラフ用検出器(9)で、第8図(四)に示すように、明確に検出される。

以上の説明から理解されるように、この発明は、キャリア溶媒送液部、試料導入部、液体クロマトグラフ用カラムおよび必要に応じ液体クロマトグラフ用検出器をこの順に連結した液体クロマトグラフ部と、その液体クロマトグラフ部から流出する溶剤液の目的部分を捕集して溶剤分を除去可能な凝縮部と、その凝縮部で凝縮した目的成分を加熱気化する気化部とからなる試料前処理装置を、

第8図(四)は第1図に示す装置においてガスクロマトグラフ用検出器で得られるクロマトグラムの一例の図である。

(1)…試料前処理装置付ガスクロマトグラフ、(2)…キャリア溶媒送液ポンプ、(3)…試料導入部、(4)…液体クロマトグラフ用カラム、(5)…液体クロマトグラフ用検出器、(6)…液体クロマトグラフ部、(7)…凝縮器、(8)…気化器、(9)…制御装置、(10)…キャリアガス吹込管、(11)…試料前処理装置、(12)…キャピラリーカラム、(13)…ガスクロマトグラフ用検出器、(14)…ガスクロマトグラフ部、(15)…加熱ブロック、(16)…カラムオープン、(17)…キャリアガス吹込管開口、(18)…排気口、(19)…試料ポート、(20)…試料皿、(21)…マグネット。

ガスクロマトグラフ用カラムとガスクロマトグラフ用検出器とからなるガスクロマトグラフ部の前に設けてなる試料前処理装置付ガスクロマトグラフを提供するものであり、これにより試料中の目的成分のみをガスクロマトグラフィーに付すことが可能となり、不要成分(特に分子量の大きい化合物)によるカラムの劣化および検出妨害を防ぐことができ、長期間正確で信頼性ある定量分析を行えるようになる。

なお、この発明は、ガスクロマトグラフ用カラムが充填カラムでもキャピラリーカラムでも効果があるが、特にキャピラリーカラムの場合に非常に有効である。

4. 図面の簡単な説明

第1図はこの発明の試料前処理装置付ガスクロマトグラフの一実施例の構成説明図、第2図は凝縮器および気化器の一構成例の断面図、第3図(四)は第1図に示す装置において液体クロマトグラフ用検出器で得られるクロマトグラムの一例の図、

